

## ⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平4-2296

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

B 01 J 3/06

識別記号

U  
V

庁内整理番号

2102-4G  
2102-4G

⑭公告 平成4年(1992)1月17日

請求項の数 4 (全4頁)

⑮発明の名称 立方晶窒化ほう素研削砥粒の製造方法

⑯特 願 昭63-181669

⑰公 開 平2-35931

⑱出 願 昭63(1988)7月22日

⑲平2(1990)2月6日

⑳発 明 者 大 坪 裕 彦 長野県塩尻市大字宗賀1 昭和電工株式会社塩尻工場内  
㉑発 明 者 牧 昌 和 長野県塩尻市大字宗賀1 昭和電工株式会社塩尻工場内  
㉒出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号  
㉓代 理 人 弁理士 村井 卓雄  
審 査 官 鈴 木 紀 子

1

2

## ⑳特許請求の範囲

1 六方晶窒化ほう素から高温高压で立方晶窒化ほう素を合成する方法において、HBNとともに、C源、Si源、および水素化アルカリ、水素化アルカリ土類あるいはその他の立方晶窒化ほう素合成触媒を組合わせた反応系を高温高压処理することを特徴とする立方晶窒化ほう素研削砥粒の製造方法。

2 六方晶窒化ほう素から高温高压で立方晶窒化ほう素を合成する方法において、六方晶窒化ほう素とともに、水素化アルカリまたは水素化アルカリ土類、Si源、およびCBN合成触媒を組合わせた反応系を高温高压処理することを特徴とする立方晶窒化ほう素研削砥粒の製造方法。

3 前記組合わせた反応系にさらにN源が組合わされていることを特徴とする請求項1または2記載の立方晶窒化ほう素研削砥粒の製造方法。

4 立方晶窒化ほう素合成触媒がSi源を兼ねる請求項1から3までの何れか1項に記載の立方晶窒化ほう素研削砥粒の製造方法。

## 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は立方晶窒化ほう素研削砥粒の製造方法に関するものである。

(従来の技術)

CBN(立方晶窒化ほう素を言う。以下同じ)は、HBN(六方晶窒化ほう素を言う。以下同じ)

をCBNの熱力学的安定条件である高温高压で処理することにより製造される。

CBNはダイヤモンドに次ぐ硬さを有し、しかも化学的安定性、特に鉄系被削材に対する安定性がダイヤモンドより優れているため研削砥粒としての使用量が増大している。

特開昭59-57905号、特開昭59-73410号、特開昭59-73411号等によりCBN粒子を製造する方法に関し種々の提案がある。かかる一般的製法により得られるCBN粒子は通常の電着砥石あるいはメタルボンド砥石に使用するには問題がないが、切れ味が特に要求される用途には適していない。

かかる切れ味が要求される研削砥粒に使用されるCBN粒子は緻密、透明であり、鋭い切り刃を有し、圧壊強度が高いことが望まれる。

本出願人は特開昭61-31306号公報において、触媒として、 $\text{LiMBN}_2$ (但し、Mはアルカリ金属)および $\text{Ca}_5\text{Si}_2\text{N}_8$ を用いる方法を提案した。この方法によれば、触媒から微量のSiがCBN中に取り込まれ、それが特定面に現われるので、結晶の(111)面が発達し、CBN粒子の角が鋭くなり、研削砥粒として優れたCBN粒子が得られるようになる。同様に、本出願人の特開昭61-17405号においても触媒として $\text{LiMBN}_2$ (但し、Mはアルカリ金属)および $\text{L}_3\text{SiN}_4$ を用いてSiをCBN粒子中に取り込み、角が鋭いCBN粒子を得る方法を提案した。

(発明が解決しようとする課題)

本発明者等は、前掲特開昭61-31306号および特開昭61-17405号により製造されたCBN粒子を外形の構成面を調査し、次のような知見を得た。即ち、外形構成面は8個の{111}面を基本とし

ているが、CBN粒子構成面の殆どでは{111}面が互いに直接交叉していず、{100}面と{111}面が交叉しており、この結果{111}面多面体がある鋭い尖端がなくなっている。

(課題を解決しようとする手段)

本発明者等は、従来のSi含有CBN粒子の外形構成面を鋭意研究した結果、以下の方法により本発明の目的を達成できることを見出した。

すなわち、その第1の方法は、HBNとともに、C源、Si源、および水素化アルカリ、水素化アルカリ土類あるいはその他のCBN合成触媒を組合わせた反応系を高温高压処理することを特徴とするCBN研削砥粒の製造方法であり、その第2の方法は、HBNとともに、水素化アルカリまたは水素化アルカリ土類、Si源、およびCBN合成触媒を組合わせた反応系を高温高压処理すること

を特徴とするCBN研削砥粒の製造方法である。これらの方法によれば、鋭い刃先を有するCBN研削砥粒が得られることを見出した。これに対して、本出願人が従来法にて提案したように、Si含有触媒を用いることにより触媒からSiを取り込む方法ではSiによる{111}面を多くする効果が不充分であり、1パッチで得られたCBN粉末中には{111}面同志が直接交叉することにより形成される鋭い稜や角を持たない粒子がかなり認められる。

なお、本出願人の別件特許出願に、HBNとともに、C源、水素化アルカリおよび水素化アルカリ土類、Si源、およびCBN合成触媒を組合わせた反応系を高温高压処理する方法がある。この方法と比較すると本発明丙により得られたCBN研削砥粒は{111}面が直接交叉していない粒子が一部混在するが、従来法により得られたものよりもCBN研削砥粒としての性能に優れる。

HBNとともに混合される、C源、Si源、水素

化アルカリまたは水素化アルカリ土類、およびCBN合成触媒は{111}面の成長を優先し起こさせ、所望の鋭い切刃をもつCBN研削砥粒を製造することができる。使用物質の作用は次の通りである。

従来法において得られたCBN研削砥粒が鋭いエッジを失っている理由は、 $B_2O_3$ などの酸化物異物が合成系に存在し、これが結晶成長過程を妨害して{111}面の水平方向の成長を相対的に妨げ、{111}垂直方向(特に、{100}方向)の成長を相対的に促進していることに起因すると考えられる。従って鋭い切刃をもつCBN研削砥粒を合成するためには、CBN成長中の合成系全体を特に酸化物に対して鈍化する必要がある。そこで、本願の第1の方法においては、原料にC源を添加する。C源は、CBN合成時の高温高压状態で $B_2O_3$ 等の酸化異物を還元分解し、成長に対する作用を無力化させることで純化を行なうと推察される。

また、本願第2の方法においては水素化アルカリ(土)類を使用することにより、水素が合成系において{111}成長阻害要因となる不純物を無害化するとともに、内部欠陥の少ない透明感のあるきれいな結晶を合成することができることを見出した。水素化アルカリ(土)類はCBNの合成触媒としても作用するが、本発明の場合、CBNを高純度化することにより内部欠陥の少ない強度の大きい結晶を得ることを狙ったものである。第1方法のC源または第2方法の水素化アルカリもしくは水素化アルカリ土類に加えて、Si源を併用することにより、Siの作用を一層良好にすることができる。

以下、さらに具体的に本発明の好ましい実施態様を説明する。

HBNとしては純度が95%以上のものを使用すると、所望の尖端を有するCBNを安定して製造することができる。

C源としては、ステアリン酸、パルミチン酸等の脂肪酸、ドコサン( $CH_3(CH_2)_{20}CH_3$ )、ターフエニール等の炭化水素、単体もしくは無機化合物としての炭素、カーボンブラック、 $B_4C$ などを使用することができる。これらの炭素源の中で黒鉛のように結晶化した安定なものよりも、上記のように添加時には化合物の構成要素となつてい

が、CBN成長時に化合物から分解して生じる活性な状態であることが望ましい。

炭素源の使用量は、HBN中に異物として随伴する $B_2O_3$ 1モルに対して0.1~100モルのCとなるように定めることが好ましい。通常純度のHBN 5 についてはC源の使用量は全原料に対して0.01~15%である。

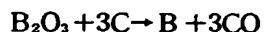
Si源としては、Si粉末、 $B_4Si$ 、 $Si_3N_4$ などの化合物を使用することができる。Si源は原料混合物に混合してもよいが、CBNへのSi含有量を多く 10 するためにはCBN合成触媒に予め含有させておくことが好ましい。この含有方法としては、Si源とCBN合成触媒を加熱溶解させる方法を採用する。Si源の使用量は、1モルのHBNに対してSiが $10^{-5}$ ~ $10^{-2}$ モルとなるようにすることが好まし 15 い。この使用量が $10^{-5}$ 未満であると、SiのCBNへの固溶が不十分になり、一方 $10^{-2}$ モルを超えるとSiがCBN内でマクロ的欠陥を有するので、Si源の使用量は上記範囲が好ましい。

水素化アルカリおよび水素化アルカリ土類としては、LiH、NaH、 $CaH_2$ 、 $SrH_2$ などを使用することが 20 できる。これらの水素源の使用量は全原料に対して0.1~10%であることが好ましい。

水素化アルカリまたは水素化アルカリ土類をCBN合成触媒として使用する場合には5~50% 25 であることが好ましい。

CBN合成触媒としては、(i)Li、Na、K等のアルカリ、これらの窒化物( $Li_3N$ 、 $Na_3N$ 等、複窒化物( $Li_3BN_2$ 等)、(ii)Ca、Sr、Mg、Ba等のアルカリ土類、これらの窒化物( $Ca_3N_2$ 、 $Sr_3N_2$ 、 30  $Mg_3N_2$ 、 $Ba_3N_2$ 等)、複窒化物( $Ca_3BN_2$ など)および(i)アルカリとアルカリ土類の複合窒化物( $LiCaBN_2$ 、 $LiBaBN_2$ 等)を使用することができる。これらのCBN合成触媒のなかでは、所望の尖端を有するCBN研削砥粒を安定して製造する観点から(i)が好ましい。CBN合成触媒の使用量はHBN100重量部に対して5~50重量部が好 35 ましい。

HBN粉末中の $B_2O_3$ が多いために、C源の添加量が多くなる場合には、下記反応式によりほう素 40 が生成する。



このBが所望の尖端を有するBCN研削砥粒の合成上望ましくはないので、N源を添加してBを

BNとして固定し無害化することが好ましい。このN源としてはメラミン、尿素等を使用することができる。使用量は発生するB量にもよるが、通常HBN1モルに対して $10^{-4}$ ~ $10^{-1}$ モルが好ましい

以下、さらに実施例により本発明をより詳しく説明する。

(実施例)

実施例 1

HBN(昭和電工製UHP-1; 粒度平均粒径6 10 ~8 $\mu$ 、純度98%、 $B_2O_3$ 0.5%) 100部(重量部、以下同じ)にC源としてメラミン( $C_6H_6N_6$ ) 2.65部、3CBN合成触媒として1%ケイ素を含む $LiCaBN_2$ 15部を添加混合し、形成した試料を40~60kbar、1400~1600 $^{\circ}C$ の条件下で処理することにより、黄色透明であり、シャープなエッジを 15 有するCBN粒子を得ることができた。このCBN粒子の粒径は平均粒径約130 $\mu$ 、純度は99.8%であつた。

実施例 2

実施例1のメラミンの代わりに水素化アルカリ 20 として3部のLiHを使用して同一条件で処理を行なつた。この結果、実施例1により透明感がつよく、同等のシャープなエッジを有するCBN粒子を得ることができた。このCBN粒子の粒径は平均粒径約130 $\mu$ 、純度は99.8%であつた。 25

実施例 3

実施例1のメラミンをステアリン酸- $CH_3$ 、 $(CH_2)_{16}COOH$ -1部に変えた他は同一条件で処理を行なつたところ、やや黒みを帯びた焦茶色を呈し、同様にシャープなエッジを持つCBN粒子を得ることができた。

実施例 4

実施例1および実施例2で得られたCBN粒子を#120/140に整粒した後に電着により外径150 35 mm、厚さ10mm研削砥石とした。砥粒の使用量等の仕様は、従来の{111}面が直接交叉していないCBNを使用した出願人の製品であり、比較に供したSBN-Tと同一にした。これらの砥石を下記条件で研削試験に供した。

砥石周速-2000m/分

テーブル速度-15m/分

切込み-40 $\mu$ m

ワーク-SKH51

60cmワークを削つた時点で従来製品により研削

7

に要した動力が3030Wであつたのに対し、本発明の砥石では2788W(実施例1)、2848W(実施例2)であり、それぞれ8%および6%動力が少なくなつた。

#### 実施例 5

CBN100部にC源としてステアリン酸1部、N源として尿素0.5部、CBN合成触媒として1%ケイ素を含む $\text{LiBN}_2$ 10部を添加混合したものを使用し、実施例と同様に高温高压処理したところ黒味の無いシャープなエッジを有するCBN粒子を得ることが出来た。

#### 実施例 6

HBN100部にC源としてドコサン1部、ケイ

8

素源として $\text{B}_4\text{Si}0.3$ 部、CBN合成触媒として、 $\text{LiSrBN}_2$ 10部を添加混合したものを使用し、実施例1と同様に高温高压処理したところやや黒味を帯びたシャープなエッジを有するCBN粒子を得ることが出来た。

#### 5 得ることが出来た。

#### (発明の効果)

以上説明したように本発明を構成したために、本発明のCBN研削砥粒は従来品より鋭いエッジを有しており、切れ味が要求される砥石用として極めて優れた性能を有する。

#### 10 極めて優れた性能を有する。

また、本発明法によれば、従来品より鋭いエッジを有するCBN粒子を安定して製造することができる。